

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-236673

(43)公開日 平成11年(1999) 8月31日

(51)Int.Cl.⁶ 識別記号

C 2 3 C 16/44

H 0 1 L 21/205
21/31

F I

C 2 3 C 16/44

H 0 1 L 21/205
21/31

D

C

B

審査請求 未請求 請求項の数8 O L (全 13 頁)

(21)出願番号 特願平10-38432

(22)出願日 平成10年(1998) 2月20日

(71)出願人 000006013

三菱電機株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目2番3号

(72)発明者 入住 智之

東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三

菱電機株式会社内

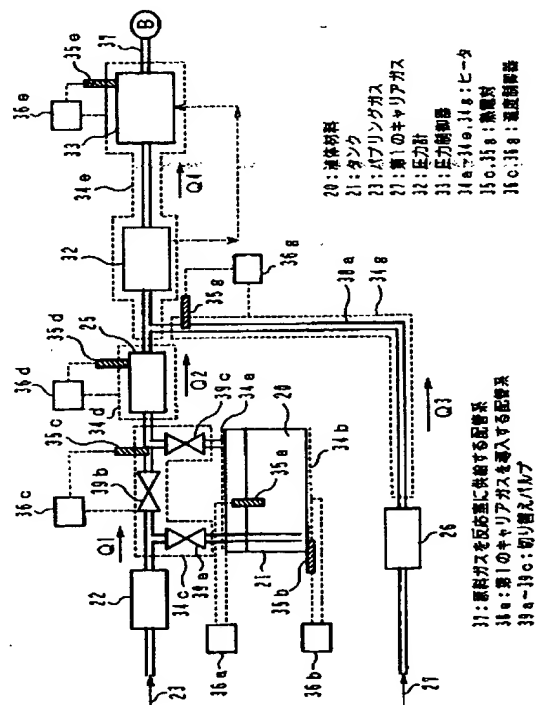
(74)代理人 弁理士 宮田 金雄 (外2名)

(54)【発明の名称】 化学気相成長装置

(57)【要約】

【課題】 液体材料をバブリングにより気化させて作成した気化ガスを、キャリアガスを導入して希釈し、反応室に供給して成膜する化学気相成長装置において、気化ガスの精密な流量制御を可能にして、成膜の信頼性を向上する。

【解決手段】 液体材料20、キャリアガス27、30を導入する配管系38a、38b、および原料ガス24を反応室28に供給する配管系37にヒータ34を設け、配管系37、38a、38bに設けられたヒータ34は、配管40内のガス温度を直接監視して所定のガス温度に制御する機構を有し、気化ガス24の液化を防止して安定した流量を供給する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 液体材料をバブリングにより気化させて作成した原料ガスを、キャリアガスを導入して希釈し、反応室に供給して成膜する化学気相成長装置において、上記液体材料、上記キャリアガスを導入する配管系、および上記原料ガスを上記反応室に供給する配管系に加熱手段を設けたことを特徴とする化学気相成長装置。

【請求項2】 キャリアガスを導入する配管系、および原料ガスを反応室に供給する配管系に設けた加熱手段が、上記配管内のガスの温度を直接監視して所定のガス温度に制御する機構を備えたことを特徴とする請求項1記載の化学気相成長装置。

【請求項3】 原料ガスを希釈するキャリアガスが、気化された上記原料ガスを反応室に圧送する第1のキャリアガスと、上記原料ガスを上記反応室に至る手前で希釈して冷却する第2のキャリアガスとを有し、上記反応室入り口直前の配管内のガスの温度を直接監視して、所定のガス温度まで上記第2のキャリアガスにより冷却して制御する機構を備えたことを特徴とする請求項1または2記載の化学気相成長装置。

【請求項4】 熱電対の端部を配管内に埋め込んで、該配管内のガスの温度を直接監視することを特徴とする請求項2または3記載の化学気相成長装置。

【請求項5】 第2のキャリアガスを、成膜時以外は配管内および反応室内をパージするのに用いることを特徴とする請求項3記載の化学気相成長装置。

【請求項6】 液体材料をバブリングにより気化させて作成した原料ガスを、キャリアガスを導入して希釈し、反応室に供給して成膜する化学気相成長装置において、ガスを流通させる配管系に複数の切り替えバルブを備え、該バルブの一連の操作により上記ガスの流路を切り替える際、上記液体材料をバブリングするタンク、および作成した上記原料ガスを上記反応室に供給する配管系の圧力変動を抑制する様に、一連の該バルブの操作時間に時間差を設定可能にしたことを特徴とする化学気相成長装置。

【請求項7】 液体材料をバブリングにより気化させて作成した原料ガスを、キャリアガスを導入して希釈し、反応室に供給して成膜する化学気相成長装置において、上記液体材料をバブリングするタンクの圧力を制御する圧力バルブを、上記タンクの出口側で上記キャリアガス導入後の配管に備え、上記圧力バルブの開閉に伴い該圧力バルブが上記配管に対して位置変動する動作範囲を調整する機構を有して、ガス流量一定時の圧力変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定の圧力およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、また、圧力一定時のガス流量変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定のガス流量およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、上記動作範囲を調整して、安定した圧力

制御を可能にしたことを特徴とする化学気相成長装置。

【請求項8】 複数種の液体材料をそれぞれバブリングする複数のタンクを備え、上記液体材料を気化させて作成した複数種の原料ガスを混合して、成膜に用いることを特徴とする請求項1～7のいずれかに記載の化学気相成長装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】この発明は、化学気相成長装置に関し、特に液体材料をバブリングにより気化し、原料ガスを供給する供給系を備えた化学気相成長装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体基板表面に原料となるガスを流して化学反応を起こし、所定の組成を有した膜を形成させる化学気相成長法（CVD法）において、液体状態で貯蔵された原料を窒素等でバブリングして気化させることにより、原料ガスを安定供給する供給系を備えた化学気相成長装置は広く用いられている。図9および図10は、従来の化学気相成長装置の構造を、便宜上分割して示した部分ブロック図である。図に示すように、液体材料1はバブリング用のタンク2（以下、バブラ2と称す）に貯蔵されており、流量制御器3で所定の流量Q1に制御されたバブリングガス（N₂）4を、バブラ2内に導入する。バブラ2内でバブリングにより液体材料1を気化させて原料ガス5（以下、気化ガス5と称し、図示せず）に変換し、バブリングガス（N₂）4と共にバブラ2外の配管に送る。バブラ2から送られたガス流量Q2を流量計6でモニタリングして、気化ガス5の流量（Q2-Q1）を監視する。

【0003】この後、流量制御器7で所定の流量Q3に制御されたキャリアガス（N₂）8を導入して気化ガス5を希釈し、成膜を行う反応室9にガス流量Q4（Q2+Q3）で圧送する。このとき、流量制御器10で所定の流量Q5に制御されたキャリアガス（N₂）11を、反応室9手前で導入して気化ガス5をさらに希釈し、ガス流量Q6（Q4+Q5）で反応室9内に供給する。成膜を行わない時は、キャリアガス（N₂）11を導入する手前で、希釈された気化ガス5をタンク12内に排気（ガス流量Q7）し、液化して廃液する。また、キャリアガス（N₂）11は、成膜時以外は、配管および反応室9内をパージするのに用いられる。

【0004】また、13および14は希釈された気化ガス5を反応室9に圧送する途中に設けられた圧力計および圧力制御器であり、バブラ2内および配管内の圧力をモニタリングし、所定の圧力に制御する。また、15a～15fは、液体材料1、バブラ2、および、気化ガス5を反応室9に供給する配管系（流量計6、圧力計13、圧力制御器14等を含む）をそれぞれ加熱するヒータで、熱電対16a～16fおよび温度制御器17a～

17fをそれぞれ備えて所定の温度に制御して加熱する。さらに、18a～18fは、配管途中に設けられた切り替えバルブである。

【0005】ヒータ15による配管の加熱手段を図11に基づいて以下に説明する。気化ガス5を反応室9に供給する配管19の周囲を覆うようにヒータ15を設け、熱電対16を配管19外側の表面に接触させて、配管19の温度が所定の温度になるように、温度制御器17により制御する。また、バブラ2内および配管内の圧力を圧力計13でモニタリングし、所定の圧力に制御する圧力制御器14は、電圧を印加してバルブを開閉させる圧力バルブで構成され、圧力が変動すると、それを抑制する様に圧力バルブ14が動作して圧力を一定に保つ。

【0006】次に、切り替えバルブ18(18a～18f)の開閉と処理の流れについて図12に基づいて以下に示す。まず、バブリングガス(N_2)4を、バブラ2側のバルブ18aおよびバルブ18cを閉じて、バルブ18bを開けることにより配管内に流し、排気用のタンク12側のバルブ18dを開け、反応室9側のバルブ18eを閉じることにより、導入されたキャリアガス(N_2)8と共に、タンク12内に排気する。キャリアガス(N_2)11を導入するためのバルブ18fは、常時開けており、この場合反応室9内およびその手前の配管内をバージするのに用いる。これにより、配管内および反応室9内をキャリアガス8、11およびバブリングガス4の N_2 で充填させておく(待機⑩)。

【0007】次に、バルブ18aおよびバルブ18cを開に、バルブ18bを閉に切り替える。バブリングガス(N_2)4を、バブラ2内に導入して、バブリングにより液体材料1を気化させ、気化ガス5をバブリングガス(N_2)4と共にバブラ2外の配管に送り、キャリアガス(N_2)8を導入して希釈して圧送し、タンク12内に排気する。キャリアガス(N_2)11は上記待機⑩時と同様にバージに用いる。これにより、成膜に用いる気化ガス5を発生させ、所定の流量に安定して供給できるまで待つ(気化安定待ち⑪)。

【0008】次に、バルブ18dを閉に、バルブ18eを開に切り替える。バブリングガス(N_2)4を、バブラ2内に導入して、バブリングにより液体材料1を気化させ、気化ガス5をバブリングガス(N_2)4と共にバブラ2外の配管に送り、キャリアガス(N_2)8を導入して希釈し、成膜を行う反応室9に圧送する。このとき、キャリアガス(N_2)11を、反応室9手前で導入して気化ガス5をさらに希釈し、反応室9内に供給する。これにより、成膜の原料となる気化ガス5を反応室9内に供給し、反応室9内に別途導入された他のガス(図示せず)と反応させ、半導体基板(図示せず)表面に成膜する(成膜⑫)。次に、バルブ18dを開に、バルブ18eを閉に切り替える。上記気化安定待ち⑪時と同様に、バブリングガス(N_2)4を、バブラ2内に導

入して、バブリングにより液体材料1を気化させ、気化ガス5をバブリングガス(N_2)4と共にバブラ2外の配管に送り、キャリアガス(N_2)8を導入して希釈して圧送し、タンク12内に排気する。また、キャリアガス(N_2)11はバージに用いる。これにより、成膜が完了したウエハ(半導体基板)を反応室9より搬出し、次に処理するウエハを新たに反応室9に搬入するまでの間、気化ガス5を反応室9には送らず、所定の流量に供給できる様に保つ(次ウエハ待ち⑬)。

【0009】次に、再びバルブ18dを閉に、バルブ18eを開に切り替えて、成膜⑫時と同様に成膜処理を行う(成膜⑬)。複数枚のウエハを連続処理するときは、上記のような成膜⑫⑬と次ウエハ待ち⑬を所定の時間毎に繰り返し行う。次に、複数枚のウエハの連続処理を完了すると、再びバルブ18dを開に、バルブ18eを閉に切り替え、次ウエハ待ち⑬時と同様に、新たなウエハを反応室9に搬入するまでの間、気化ガス5を反応室9には送らず、所定の流量に供給できる様に保つ。通常、ウエハは複数枚で構成されるロット毎に連続処理を行うため、これは、あるロットの処理が完了した後、次のロットの処理を開始するまでの状態である(次ロット待ち⑭)。

【0010】再び、上記のような成膜⑫⑬と次ウエハ待ち⑬を所定の時間毎に繰り返し、一連の処理を完了後、次ロット待ち⑭時の状態から、バルブ18a、18cを閉に、バルブ18bを開に切り替えて、待機⑩時と同様に、バブリングガス(N_2)4を配管内に流し、導入されたキャリアガス(N_2)8と共に、タンク12内に排気する。キャリアガス(N_2)11は、反応室9内およびその手前の配管内をバージするのに用いる。これにより配管内および反応室9内の残留ガスを押し出し、キャリアガス8、11およびバブリングガス4の N_2 で充填させておく(待機⑦)。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】半導体基板表面に所定の組成を有する信頼性の高い膜を、安定して形成するためには、気化ガス5の流量を精密に制御して、反応室9内の半導体基板上に供給する必要がある。この気化ガス5の流量は、原理的にはバブリングガス4の流量、液体材料1の温度、およびバブラ2内の圧力を制御することにより安定的にコントロールできるものであるが、以下に示すような問題点から、気化ガス5を安定した流量で反応室9内、あるいは半導体基板上に供給できず、信頼性の高い膜を安定して形成できないものであった。従来の化学気相成長装置は上述したように構成されており、液体材料1を気化して作成した気化ガス5を、加熱された配管系で反応室9へ供給するが、キャリアガス8、11を導入して希釈する際、上記気化ガス5がキャリアガス8、11により冷却され、液化することがあった。このため、気化ガス5の流量が大きく変動する。また、気

化ガス5の液化は、配管内の詰まりや異物発生の要因にもなり、これによっても気化ガス5の流量変動が起きるものであった。

【0012】また、気化ガス5を反応室9に供給する配管系は、ヒータ15により加熱されているが、配管19の温度が所定の温度になるように、温度制御器17により制御するものであるため、気化ガス5の実際の温度を把握できず、ヒータ15の巻き方等により、熱の伝わりにくい部分で気化ガス5の温度が低下することがあり、これによっても気化ガス5の液化を生じ、流量が変動するものであった。さらにまた、反応室9に送られた気化ガス5は、半導体基板上で反応する前に、反応室9内に導入された直後から、反応室9内入り口付近で他のガスと反応し始める。このため、半導体基板上に所望の流量の気化ガス5を安定して供給することができないものであった。

【0013】また、切り替えバルブ18の一連の操作によりガスの流路を切り替える際、一連のバルブ18の開閉操作を同時に行うため、バブラ2内および気化ガス5を反応室9に供給する配管系の圧力が変動する。このバルブ18切り替え時の圧力変動により、配管内で気化ガス5の液化が生じたり、また、バブラ2内の気化ガス5の発生量が変動し、気化ガス5の流量は不安定になるものであった。また、バブラ2内の圧力は、圧力計13および圧力バルブから成る圧力制御器14で制御されるが、この圧力バルブ14は、電圧の印加によるバルブ14の開閉に伴ってバルブ14が配管に対して位置変動する動作範囲が限られており、この動作範囲内で所望の圧力に制御するとき、微少な圧力変動や瞬間的な圧力変動により敏感に圧力バルブ14が反応する不安定な領域での制御となることがある。その場合、微少な圧力変動や何らかの条件による瞬間的な圧力変動によって反応した圧力バルブ14のバルブ動作の影響により、逆に、より大きな圧力変動を招くことになり、圧力バルブ14によるバブラ2内圧力の安定した制御が困難になり、気化ガス5の精密な流量制御も困難になるものであった。

【0014】従来の化学気相成長装置は、以上述べたような現象に起因して、気化ガス5を安定した流量で反応室9内、あるいは半導体基板上に供給できず、半導体基板表面に所定の組成を有する信頼性の高い膜を、安定して形成することが困難であった。

【0015】この発明は、上記のような問題点を解消するために成されたものであって、液体材料をバブリングにより気化し、原料ガスを供給する供給系を備えた化学気相成長装置において、原料ガスとなる気化ガスを、精密な流量制御により安定した流量で供給し、信頼性の高い安定した成膜を可能にすることを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】この発明に係わる請求項1記載の化学気相成長装置は、液体材料をバブリングに

より気化させて作成した原料ガスを、キャリアガスを導入して希釈し、反応室に供給して成膜する装置構成であって、上記液体材料、上記キャリアガスを導入する配管系、および上記原料ガスを上記反応室に供給する配管系に加熱手段を設けたものである。

【0017】この発明に係わる請求項2記載の化学気相成長装置は、請求項1において、キャリアガスを導入する配管系、および原料ガスを反応室に供給する配管系に設けた加熱手段が、上記配管内のガスの温度を直接監視して所定のガス温度に制御する機構を備えたものである。

【0018】この発明に係わる請求項3記載の化学気相成長装置は、請求項1または2において、原料ガスを希釈するキャリアガスが、気化された上記原料ガスを反応室に圧送する第1のキャリアガスと、上記原料ガスを上記反応室に至る手前で希釈して冷却する第2のキャリアガスとを有し、上記反応室入り口直前の配管内のガスの温度を直接監視して、所定のガス温度まで上記第2のキャリアガスにより冷却して制御する機構を備えたものである。

【0019】この発明に係わる請求項4記載の化学気相成長装置は、請求項2または3において、熱電対の端部を配管内に埋め込んで、該配管内のガスの温度を直接監視するものである。

【0020】この発明に係わる請求項5記載の化学気相成長装置は、請求項3において、第2のキャリアガスを、成膜時以外は配管内および反応室内をパージするのに用いるものである。

【0021】この発明に係わる請求項6記載の化学気相成長装置は、ガスを流通させる配管系に複数の切り替えバルブを備え、該バルブの一連の操作により上記ガスの流路を切り替える際、液体材料をバブリングするタンク、および作成した原料ガスを反応室に供給する配管系の圧力変動を抑制する様に、一連の該バルブの操作時間に時間差を設定可能にしたものである。

【0022】この発明に係わる請求項7記載の化学気相成長装置は、液体材料をバブリングするタンクの圧力を制御する圧力バルブを、上記タンクの出口側でキャリアガス導入後の配管に備え、上記圧力バルブの開閉に伴い該圧力バルブが上記配管に対して位置変動する動作範囲を調整する機構を有して、ガス流量一定時の圧力変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定の圧力およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、また、圧力一定時のガス流量変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定のガス流量およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、上記動作範囲を調整して、安定した圧力制御を可能にしたものである。

【0023】この発明に係わる請求項8記載の化学気相成長装置は、請求項1～7のいずれかにおいて、複数種

の液体材料をそれぞれバブリングする複数のタンクを備え、上記液体材料を気化させて作成した複数種の原料ガスを混合して、成膜に用いるものである。

【0024】

【発明の実施の形態】実施の形態1. 以下、この発明の実施の形態1を図について説明する。図1および図2は、この発明の実施の形態1による化学気相成長装置の構造を、図示の便宜上分割して示した部分ブロック図である。図に示すように、例えばTEOS等の液体材料20はバブリング用のタンク21（以下、バブラ21と称す）に貯蔵されており、流量制御器22で所定の流量 Q_1 に制御されたバブリングガス（ N_2 ）23を、バブラ21内に導入する。バブラ21内でバブリングにより液体材料20を気化させて原料ガス24（以下、気化ガス24と称し、図示せず）に変換し、バブリングガス（ N_2 ）23と共にバブラ21外の配管に送る。バブラ21から送られたガス流量 Q_2 を流量計25でモニタリングして、気化ガス24の流量（ $Q_2 - Q_1$ ）を監視する。

【0025】この後、流量制御器26で所定の流量 Q_3 に制御された第1のキャリアガス（ N_2 ）27を導入して気化ガス24を希釈し、成膜を行う反応室28にガス流量 Q_4 （ $Q_2 + Q_3$ ）で圧送する。このとき、流量制御器29で所定の流量 Q_5 に制御された第2のキャリアガス（ N_2 ）30を、反応室28手前で導入して気化ガス24をさらに希釈し、ガス流量 Q_6 （ $Q_4 + Q_5$ ）で反応室28内に供給する。成膜を行わない時は、第2のキャリアガス（ N_2 ）30を導入する手前で、希釈された気化ガス24をタンク31内に排気（ガス流量 Q_7 ）し、液化して廃液する。また、第2のキャリアガス（ N_2 ）30は、成膜時以外は、配管および反応室28内をバージするのに用いられる。

【0026】また、32および33は希釈された気化ガス24を反応室28に圧送する途中に設けられた圧力計および圧力制御器であり、バブラ21内および配管内の圧力をモニタリングし、所定の圧力に制御する。また、34aおよび34bは、液体材料20に設けられた加熱手段としてのヒータで、ヒータ34aは、バブラ21の上面を加熱して、熱電対35aおよび温度制御器36aで、液体材料20の温度を直接所定の温度に制御し、ヒータ34bは、バブラ21の底面を加熱して、熱電対35bおよび温度制御器36bで、バブラ21の底面の温度を所定の温度に制御する。34c～34fは、気化ガス24を反応室28に供給する配管系37（流量計25、圧力計32、圧力制御器33等を含む）に設けられた加熱手段としてのヒータで、熱電対35c～35fおよび温度制御器36c～36fをそれぞれ備えて所定の温度に制御して加熱する。34gおよび34hは、キャリアガス27、30を導入する配管系38a、38bに設けられた加熱手段としてのヒータで、熱電対35g、35hおよび温度制御器36g、36hをそれぞれ備え

て所定の温度に制御して加熱する。この第2のキャリアガス30を導入する配管系38bのヒータ34hは、反応室28入り口直前のガス温度を制御する熱電対35iおよび温度制御器36iにも連結される（連結部、図示せず）。さらに、39a～39fは、配管途中に設けられた切り替えバルブである。

【0027】配管系37、38a、38bに設けられたヒータ34c～34hのうち、流量計25、圧力計32、圧力制御器33等を含まない配管39に設けられたヒータ34c、34f～34hによる加熱手段を図3に基づいて以下に説明する。ガスの流路となる配管40の周囲を覆うようにヒータ34（34c、34f～34h）を設け、熱電対35（35c、35f～35h）を、その端部を配管40内に埋め込むことによって直接配管40内のガスに接触させて、配管40内のガスの温度を直接モニタリングし、所定のガス温度になるように温度制御器36（36c、36f～36h）により制御する。反応室28入り口直前のガス温度を制御する熱電対35iも、図3で示したものと同様に配管内のガスの温度を直接モニタリングし、この場合、所定のガス温度になるように温度制御器36iで、第2のキャリアガス30を導入する配管系38bに設けられたヒータ34hを制御する。また、ヒータ34dは、流量計25を含む配管を、熱電対35dで流量計25の温度をモニタリングして温度制御器36dで制御して加熱する。ヒータ34eは、圧力計32、圧力制御器33を含む配管を、熱電対35eで圧力制御器33の温度をモニタリングして温度制御器36eで制御して加熱する。

【0028】上記のように、液体材料20、気化ガス24を反応室28に供給する配管系37、およびキャリアガス27、30を導入する配管系38a、38bにヒータ34a～34hを設け、希釈された気化ガス24は約80℃程度に保持するように制御されて反応室28に送られる。その後反応室28内に供給される手前で、第2のキャリアガス30を導入して気化ガス24をさらに希釈する際、反応室28入り口直前のガス温度が約60℃程度になるように、第2のキャリアガス30で希釈しながら冷却し、約60℃程度の希釈された気化ガス24を反応室28内に供給する。反応室9内で別途導入された他のガス（図示せず）と反応させ、半導体基板（図示せず）表面に成膜する。なお、気化ガス24が液化し始める温度は、約30℃である。

【0029】以上のように、この実施の形態では、液体材料20、気化ガス24を反応室28に供給する配管系37だけでなく、キャリアガス27、30を導入する配管系38a、38bにも加熱手段としてのヒータ34g、34hを設けたため、キャリアガス27、30を導入して気化ガス24を希釈する際、上記気化ガス24が冷却によって液化することが防止できる。また、配管系37、38a、38bにおいて、配管39の周囲を覆う

ようにヒータ34(34c、34f~34h)を設け、熱電対35(35c、35f~35h)を、その端部を配管39内に埋め込むことによって直接配管39内のガスに接触させて、配管39内のガスの温度を直接モニタリングし、所定のガス温度になるように温度制御器36(36c、36f~36h)により制御する様にした。このため、ガスの実際の温度を把握して制御でき、ヒータ34の巻き方等による熱の伝わりにくい部分におけるガス温度の低下が防止でき、ガスの温度を信頼性良く制御できる。これにより、気化ガス24、キャリアガス27、30双方とも信頼性良く温度制御され、キャリアガス27、30を導入して気化ガス24を希釈する際、および希釈された気化ガス24を反応室28へ供給する際、気化ガス24が液化することが無く、配管内の詰まりや異物発生も防止でき、気化ガス24の精密な流量制御が可能になり、安定した流量で反応室28に供給できる。

【0030】また、反応室28入り口直前のガス温度を直接モニタリングして、約60℃程度の所定の温度になるように、第2のキャリアガス30で希釈しながら冷却するため、気化ガス24が半導体基板上で反応する前に、反応室28内に導入された直後から反応室28内入り口付近で他のガスと反応し始めるのが抑制できる。このため、半導体基板上に所望の流量の気化ガス24を安定して供給することができる。この様に、約30℃程度で液化を始める気化ガス24を、約80℃程度の十分高い温度で信頼性良く制御して、液化することなく安定した流量で圧送し、反応室28内に供給する直前に、第2のキャリアガス30により、約60℃程度の液化の恐れのない程度の低温にまで冷却することにより、反応室28内入り口付近での気化ガス24の反応を抑制して、半導体基板上に安定した流量の気化ガス24を供給する。このため、半導体基板表面に所定の組成を有する信頼性の高い膜を、安定して形成することができる。なお、半導体基板上では、約400℃程度で反応させて成膜を行う。また、第2のキャリアガス30は、成膜時以外は、配管および反応室28内をパージするのに用いられるもので、パージ、気化ガス24の希釈、冷却を効率的に行うことができる。

【0031】実施の形態2. 次に、この発明の実施の形態2について説明する。この実施の形態では、上記実施の形態1で示した化学気相成長装置において、配管途中に設けた切り替えバルブ39a~39f(図1、2参照)の一連の操作に時間差を設定可能にしたもので、切り替えバルブ39a~39fの開閉と処理の流れについて図4に基づいて以下に示す。まず、バブリングガス(N₂)23を、バブラ21側のバルブ39aおよびバルブ39cを閉じて、バルブ39bを開けることにより配管内に流し、排気用のタンク31側のバルブ39dを開け、反応室28側のバルブ39eを閉じることに

り、導入された第1のキャリアガス(N₂)27と共に、タンク31内に排気する。第2のキャリアガス(N₂)30を導入するためのバルブ39fは、常時開けており、この場合反応室28内およびその手前の配管内をパージするのに用いる。これにより、配管内および反応室28内をキャリアガス27、30およびバブリングガス23のN₂で充填させておく(待機①)。

【0032】次に、バルブ39aおよびバルブ39cを開に、バルブ39bを閉に切り替える。このとき、バルブ39a、39cとバルブ39bとの操作に時間差t1を設定し、バルブ39a、39cを開に切り替えた後、所定の時間t1後にバルブ39bを閉に切り替える。バブリングガス(N₂)23を、バブラ21内に導入して、バブリングにより液体材料20を気化させ、気化ガス24をバブリングガス(N₂)23と共にバブラ21外の配管に送り、第1のキャリアガス(N₂)27を導入して希釈して圧送し、タンク31内に排気する。第2のキャリアガス(N₂)30は上記待機①時と同様にパージに用いる。これにより、成膜に用いる気化ガス24を発生させ、所定の流量に安定して供給できるまで待つ。また、このとき、バルブ39a、39cを開に切り替えた後、所定の時間t1後にバルブ39bを閉に切り替えたため、バブラ21内の急激な圧力変動を抑制し、発生した気化ガス24が、配管内で液化するのが防止でき、スムーズに所定流量に安定させることができる(気化安定待ち②)。

【0033】次に、バルブ39dを閉に、バルブ39eを開に切り替える。このとき、バルブ39dとバルブ39eとの操作に時間差t2を設定し、バルブ39eを開に切り替えた後、所定の時間t2後にバルブ39dを閉に切り替える。バブリングガス(N₂)23を、バブラ21内に導入して、バブリングにより液体材料20を気化させ、気化ガス24をバブリングガス(N₂)23と共にバブラ21外の配管に送り、第1のキャリアガス(N₂)27を導入して希釈し、成膜を行う反応室28に圧送する。このとき、第2のキャリアガス(N₂)30を、反応室28手前で導入して気化ガス24をさらに希釈し、反応室28内に供給する。これにより、成膜の原料となる気化ガス24を反応室28内に供給し、反応室28に別途導入された他のガス(図示せず)と反応させ、半導体基板(図示せず)表面に成膜する。また、このとき、バルブ39eを開に切り替えた後、所定の時間t2後にバルブ39dを閉に切り替えたため、バブラ21内および気化ガス24を反応室28に供給する配管系の圧力変動を抑制し、気化ガス24の発生量の変動、および発生した気化ガス24の配管内での液化が防止でき、気化ガス24を信頼性良く安定した流量で反応室28に供給できる(成膜③)。

【0034】次に、バルブ39dを開に、バルブ39eを閉に切り替える。このとき、バルブ39dとバルブ3

9eとの操作に時間差t3を設定し、バルブ39dを開に切り替えた後、所定の時間t3後にバルブ39eを閉に切り替える。上記気化安定待ち②時と同様に、バブリングガス(N₂)23を、バブラ21内に導入して、バブリングにより液体材料20を気化させ、気化ガス24をバブリングガス(N₂)23と共にバブラ21外の配管に送り、第1のキャリアガス(N₂)27を導入して希釈して圧送し、タンク31内に排気する。また、第2のキャリアガス(N₂)30はバージに用いる。これにより、成膜が完了したウエハ(半導体基板)を反応室28より搬出し、次に処理するウエハを新たに反応室28に搬入するまでの間、気化ガス24を反応室28には送らず、所定の流量に供給できる様に保つ。また、このとき、バルブ39dを開に切り替えた後、所定の時間t3後にバルブ39eを閉に切り替えたため、バブラ21内および気化ガス24を反応室28に供給する配管系の圧力変動を抑制し、気化ガス24の発生量の変動、および発生した気化ガス24の配管内での液化が防止でき、気化ガス24を信頼性良く安定した流量で供給できる状態に保持できる(次ウエハ待ち④)。

【0035】次に、再びバルブ39dを閉に、バルブ39eを開に切り替えて、成膜③時と同様に成膜処理を行う。このときのバルブ操作も、時間差t4を設定し、バルブ39eを開に切り替えた後、所定の時間t4後にバルブ39dを閉に切り替えることにより、バブラ21内および気化ガス24を反応室28に供給する配管系の圧力変動を抑制し、気化ガス24の発生量の変動、および発生した気化ガス24の配管内での液化が防止でき、気化ガス24を信頼性良く安定した流量で反応室28に供給できる(成膜⑤)。複数枚のウエハを連続処理するときは、上記のような成膜③⑤と次ウエハ待ち④を所定の時間毎に繰り返す。

【0036】次に、複数枚のウエハの連続処理を完了すると、再びバルブ39dを開に、バルブ39eを閉に切り替える。このとき、バルブ39dとバルブ39eとの操作に時間差t5を設定し、バルブ39dを開に切り替えた後、所定の時間t5後にバルブ39eを閉に切り替える。次ウエハ待ち④時と同様に、新たなウエハを反応室9に搬入するまでの間、気化ガス5を反応室9には送らず、所定の流量に供給できる様に保つ。通常、ウエハは複数枚で構成されるロット毎に連続処理を行うため、これは、あるロットの処理が完了した後、次のロットの処理を開始するまでの状態である。またこの場合も、バルブ操作に時間差を設けたため、バブラ21内および気化ガス24を反応室28に供給する配管系の圧力変動を抑制し、気化ガス24の発生量の変動、および発生した気化ガス24の配管内での液化が防止でき、気化ガス24を信頼性良く安定した流量で供給できる状態に保持できる(次ロット待ち⑥)。

【0037】再び、上記のような成膜③⑤と次ウエハ待

ち④を所定の時間毎に繰り返す。一連の処理を完了後、次ロット待ち⑥時の状態から、バルブ39a、39cを閉に、バルブ39bを開に切り替える。このとき、バルブ39a、39cとバルブ39bとの操作に時間差t6を設定し、バルブ39bを開に切り替えた後、所定の時間t6後にバルブ39a、39cを閉に切り替える。待機⑦時と同様に、バブリングガス(N₂)23を配管内に流し、導入された第1のキャリアガス(N₂)27と共に、タンク31内に排気する。第2のキャリアガス(N₂)30は、反応室28内およびその手前の配管内をバージするのに用いる。これにより配管内および反応室28内の残留ガスを押し出し、キャリアガス27、30およびバブリングガス23のN₂で充填させておく。またこの場合も、バルブ操作に時間差を設けたため、バブラ21内の急激な圧力変動を抑制し、発生した気化ガス24が、配管内で液化するのが防止でき、スムーズに待機状態へ移行させることができる(待機⑦)。

【0038】この実施の形態では、上述したように、切れ替えバルブ39a～39fの一連の操作により、ガスの流路を切り替える際、一連のバルブ操作のタイミングに時間差を設けて、バブラ21内および気化ガス24を反応室28に供給する配管系の圧力変動を抑制するようにしたため、気化ガス24の発生量の変動および発生した気化ガス24の配管内での液化が防止でき、配管内の詰まりや異物発生も防止でき、気化ガス24の精密な流量制御が可能になり、安定した流量で反応室28に供給できる。このため、半導体基板表面に所定の組成を有する信頼性の高い膜を、安定して形成することができる。なお、バルブ操作に設けられる時間差は、通常1～2秒程度であるが、これに限るものではなく、任意に設定可能である。また、この実施の形態では、上記実施の形態1で示した化学気相成長装置に適用したものについて示したが、それ以外の、例えば従来の化学気相成長装置に適用することもできる。

【0039】実施の形態3。次に、この発明の実施の形態3について説明する。この実施の形態では、第1のキャリアガス27導入後に、希釈された気化ガス24を反応室28に圧送する途中に設けられ、バブラ21内および配管内の圧力をモニタリングし、所定の圧力に制御する圧力計32および圧力制御器33について、図5に基づいて以下に説明する。図5に示すように、圧力計32で圧力を測定し、圧力バルブ33aで構成される圧力制御器33により所定の圧力に制御する。圧力バルブ33aの開閉は、電圧の印加によって行い、この圧力バルブ33aの開閉に伴い、圧力バルブ33aが配管40に対して位置変動するが、圧力バルブ33aの全開位置と全閉位置との範囲内で位置変動の動作範囲41を有し、動作範囲41を限定することにより、精密な圧力制御を行う。

【0040】この実施の形態では、圧力制御器33に、

上記圧力バルブ33aの開閉に伴い圧力バルブ33aが配管40に対して位置変動する動作範囲41を以下の様に調整する機構を設けた。上記動作範囲41が異なると、圧力バルブ33aの圧力バルブ動作特性が異なり、この圧力バルブ動作特性を図6に示す。なお、バルブ開閉のための印加電圧は0V～15Vとし、この0V～15Vの電圧印加による圧力バルブ33aの位置変動の動作範囲41が異なる2種類について比較した。図6

(a)は、ガス流量一定時の圧力変動に対する圧力バルブ動作特性を示すもので、ガス流量を成膜時の所望の流量Q4で一定としたとき、動作範囲41がA、Bのそれぞれの圧力バルブ動作特性を曲線42、43で示す。所望の圧力P1およびその近傍において、曲線42は、圧力バルブ動作の変化の割合が大きく不安定であり、曲線43は、圧力バルブ動作の変化の割合が小さく安定である。この変化の割合が所定の値を超えないように、圧力バルブ33aの動作範囲41を調整して、バルブ動作の安定領域で圧力制御を行う。すなわち、圧力バルブ33aの開閉によって所望の圧力に制御する際、何らかの条件による瞬間的な圧力変動や微少な圧力変動が生じた場合、圧力バルブ33aがこれら圧力変動に過剰に反応してより大きな圧力変動を招くという不都合を確実に防止できて、安定した圧力制御が行える。

【0041】図6(b)は、圧力一定時のガス流量変動に対する圧力バルブ動作特性を示すもので、成膜時の所望の圧力P1で一定としたとき、動作範囲41がC、Dのそれぞれの圧力バルブ動作特性を曲線44、45で示す。所望のガス流量Q4およびその近傍において、曲線44は、圧力バルブ動作の変化の割合が大きく不安定であり、曲線45は、圧力バルブ動作の変化の割合が小さく安定である。この変化の割合が所定の値を超えないように、圧力バルブ33aの動作範囲41を調整して、バルブ動作の安定領域で圧力制御を行う。すなわち、圧力バルブ33aの開閉によって所望の圧力に制御する際、何らかの条件による瞬間的なガス流量変動や微少なガス流量変動が生じた場合、圧力バルブ33aがこれら圧力変動に過剰に反応してより大きな圧力変動を招くという不都合を確実に防止できて、安定した圧力制御が行える。

【0042】以上のように、ガス流量一定時の圧力変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定の圧力およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、また、圧力一定時のガス流量変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定のガス流量およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、圧力バルブ33aの動作範囲41を調整して、安定した圧力制御を可能にする。このため、バブラ21内および配管内の圧力を安定して制御することができ、気化ガス24の精密な流量制御が可能になり、安定した流量で反応室28に供給できる。これに

より、半導体基板表面に所定の組成を有する信頼性の高い膜を、安定して形成することができる。なお、この実施の形態を上記実施の形態1または2で示した化学気相成長装置に適用しても良く、気化ガス24の流量制御がさらに信頼性良く精密に可能となり、成膜の信頼性がさらに向上する。

【0043】実施の形態4. 次に、この発明の実施の形態4について説明する。この実施の形態は、上記実施の形態1を、複数個のバブラ21を有して複数種の気化ガス24を作成し、それらを混合して成膜に用いる化学気相成長装置に適用したものである。図7および図8は、この発明の実施の形態4による化学気相成長装置の構造を、図示の便宜上分割して示した部分ブロック図である。図に示すように、例えば二種類の液体材料20a、20bをそれぞれのバブリング用のタンク(バブラ)21a、21bに貯蔵し、流量制御器22a、22bで所定の流量Q1a、Q1bに制御されたバブリングガス(N₂)23a、23bを、バブラ21a、21b内に導入して、それぞれ原料ガス(気化ガス)24a、24bに変換する。この二種類の気化ガス24a、24bはバブリングガス(N₂)23a、23bと共に送られ、ガス流量Q2a、Q1bを流量計25a、25bでそれぞれモニタリングして、流量を監視する。この後、流量制御器26で所定の流量Q3に制御された第1のキャリアガス(N₂)27を導入すると共に、二種類の気化ガス24a、24bを混合して第1のキャリアガス27で希釈し、成膜を行う反応室28に圧送する。

【0044】第1のキャリアガス27導入から反応室28に至る構造は、上記第1の実施の形態で示したものと同様である。二種類の気化ガス24a、24bの発生からそれらを混合するまでのそれぞれのブロックA、Bには、上記第1の実施の形態と同様に、熱電対35aa～35ad、35ba～35bdおよび温度制御器36aa～36ad、36ba～36bdを備えた加熱手段としてのヒータ34aa～34ad、34ba～34bd、および切り替えバルブ39aa～39ac、39ba～39bcが設けられている。

【0045】この様に、複数種の気化ガス24a、24bを混合して成膜に用いる場合、ガス流量も多くなり、反応室28に供給される気化ガス24a、24bの流量が不安定になる要因が増大するものであるが、上記実施の形態1を適用することにより、効果的に気化ガス24の流量制御の精密度を向上し、安定した流量で反応室28に供給でき、成膜の信頼性を効果的に向上できる。なお、この実施の形態では、複数種の気化ガス24a、24bを混合して成膜に用いる化学気相成長装置に上記実施の形態1を適用したが、上記実施の形態2、3を適用しても良く、上記実施の形態1～3を、それぞれまたは組み合わせて適用することができ、気化ガス24a、24bの流量制御の精密度を効果的に向上して成膜の信頼

性を向上する。

【0046】

【発明の効果】以上のように、この発明に係わる請求項1記載の化学気相成長装置は、液体材料をバブリングにより気化させて作成した原料ガスを、キャリアガスを導入して希釈し、反応室に供給して成膜する装置構成であって、上記液体材料、上記キャリアガスを導入する配管系、および上記原料ガスを上記反応室に供給する配管系に加熱手段を設けたため、原料ガスが配管系内で液化するのが防止でき、原料ガスの精密な流量制御が可能となり、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【0047】またこの発明に係わる請求項2記載の化学気相成長装置は、請求項1において、キャリアガスを導入する配管系、および原料ガスを反応室に供給する配管系に設けた加熱手段が、上記配管内のガスの温度を直接監視して所定のガス温度に制御する機構を備えたため、ガス温度が信頼性良く制御できて、原料ガスが配管系内で液化するのが防止でき、原料ガスの精密な流量制御が可能となり、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【0048】またこの発明に係わる請求項3記載の化学気相成長装置は、請求項1または2において、原料ガスを希釈するキャリアガスが、気化された上記原料ガスを反応室に圧送する第1のキャリアガスと、上記原料ガスを上記反応室に至る手前で希釈して冷却する第2のキャリアガスとを有し、上記反応室入り口直前の配管内のガスの温度を直接監視して、所定のガス温度まで上記第2のキャリアガスにより冷却して制御する機構を備えたため、反応室内入り口付近での原料ガスの反応が抑制できて、原料ガスを安定した流量で半導体基板上に供給でき、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【0049】またこの発明に係わる請求項4記載の化学気相成長装置は、請求項2または3において、熱電対の端部を配管内に埋め込んで、該配管内のガスの温度を直接監視するため、ガス温度が信頼性良く容易に制御できて、原料ガスの供給量が精密に制御可能となり、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【0050】またこの発明に係わる請求項5記載の化学気相成長装置は、請求項3において、第2のキャリアガスを、成膜時以外は配管内および反応室内をバージするのに用いるため、原料ガスの希釈、冷却およびバージを効率的に行って、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【0051】またこの発明に係わる請求項6記載の化学気相成長装置は、ガスを流通させる配管系に複数の切り替えバルブを備え、該バルブの一連の操作により上記ガスの流路を切り替える際、液体材料をバブリングするタ

ンク、および作成した原料ガスを反応室に供給する配管系の圧力変動を抑制する様に、一連の該バルブの操作時間に時間差を設定可能にしたため、原料ガスの精密な流量制御が可能となり、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【0052】またこの発明に係わる請求項7記載の化学気相成長装置は、液体材料をバブリングするタンクの圧力を制御する圧力バルブを、上記タンクの出口側でキャリアガス導入後の配管に備え、上記圧力バルブの開閉に伴い該圧力バルブが上記配管に対して位置変動する動作範囲を調整する機構を有して、ガス流量一定時の圧力変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定の圧力およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、また、圧力一定時のガス流量変動に対する圧力バルブ動作特性が、所定のガス流量およびその近傍における該圧力バルブ動作の変化の割合が所定の値を越えないように、上記動作範囲を調整して、安定した圧力制御を可能にしたため、原料ガスの精密な流量制御が可能となり、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【0053】この発明に係わる請求項8記載の化学気相成長装置は、請求項1～7のいずれかにおいて、複数種の液体材料をそれぞれバブリングする複数のタンクを備え、上記液体材料を気化させて作成した複数種の原料ガスを混合して、成膜に用いるため、原料ガスの流量制御の精密度を効果的に向上でき、半導体基板表面に信頼性の高い膜を安定して形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 この発明の実施の形態1による化学気相成長装置の構造を示す部分ブロック図である。

【図2】 この発明の実施の形態1による化学気相成長装置の構造を示す部分ブロック図である。

【図3】 この発明の実施の形態1による化学気相成長装置の配管系に設けられた加熱手段を説明する断面図である。

【図4】 この発明の実施の形態2による化学気相成長装置の配管系に設けられた切り替えバルブの開閉と処理の流れを説明する図である。

【図5】 この発明の実施の形態3による化学気相成長装置の圧力制御に用いる圧力計および圧力制御器を示す断面図である。

【図6】 この発明の実施の形態3による化学気相成長装置の圧力制御における圧力バルブ動作特性を示す図である。

【図7】 この発明の実施の形態4による化学気相成長装置の構造を示す部分ブロック図である。

【図8】 この発明の実施の形態4による化学気相成長装置の構造を示す部分ブロック図である。

【図9】 従来の化学気相成長装置の構造を示す部分ブロック図である。

【図10】 従来の化学気相成長装置の構造を示す部分ブロック図である。

【図11】 従来の化学気相成長装置の配管系に設けられた加熱手段を説明する断面図である。

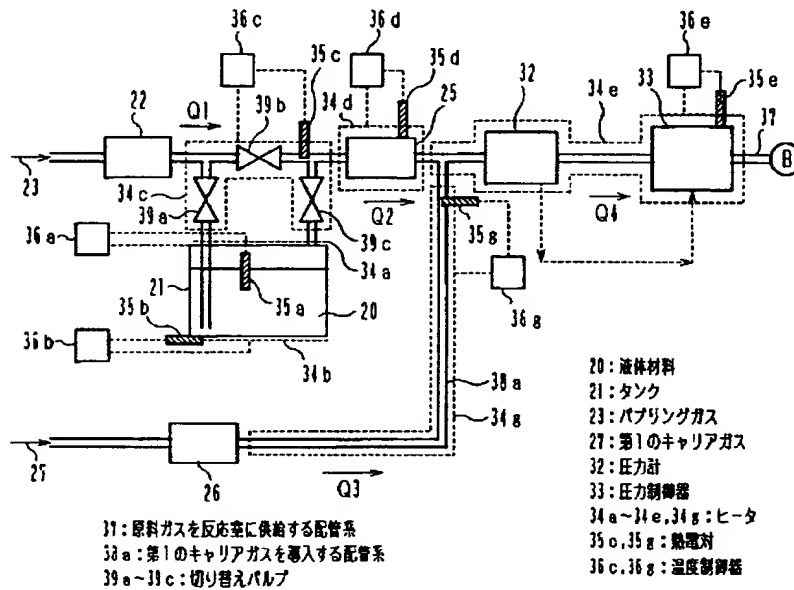
【図12】 従来の化学気相成長装置の配管系に設けられた切り替えバルブの開閉と処理の流れを説明する図である。

【符号の説明】

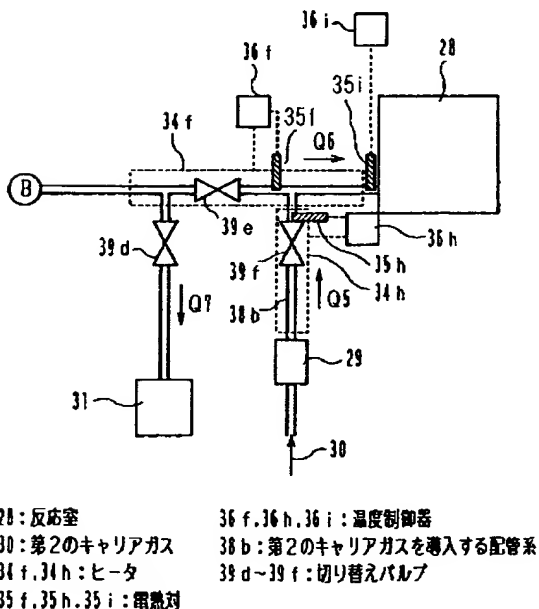
20、20a、20b 液体材料、21、21a、21

b タンク、23、23a、23b バブリングガス、27 第1のキャリアガス、30 第2のキャリアガス、32 圧力計、33 圧力制御器、33a 圧力バルブ、34、34a～34h 加熱手段としてのヒータ、35、35c、35f～35i 熱電対、36、36c、36f～36i 温度制御器、37 原料ガスを反応室に供給する配管系、38a、38b キャリアガスを導入する配管系、39a～39f 切り替えバルブ、40 配管、41 動作範囲。

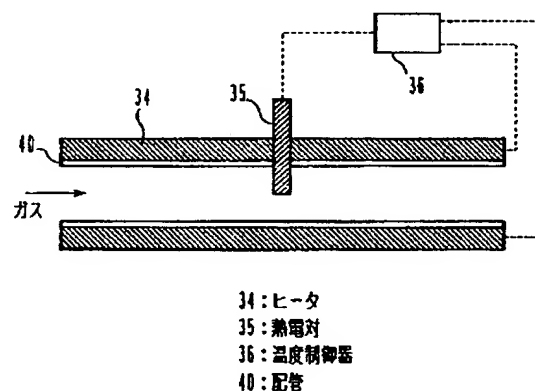
【図1】



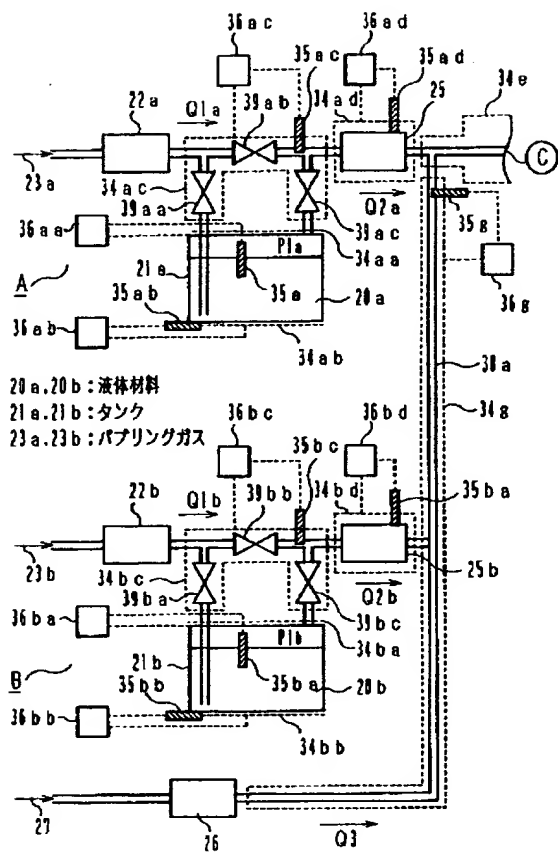
【図2】



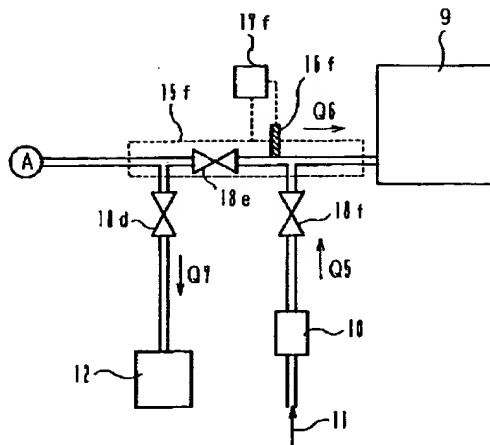
【図3】



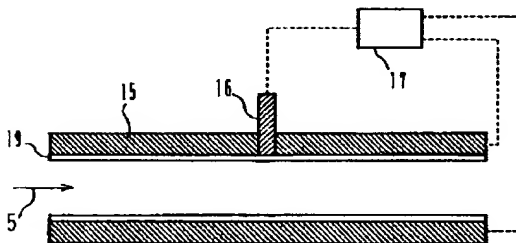
【図7】



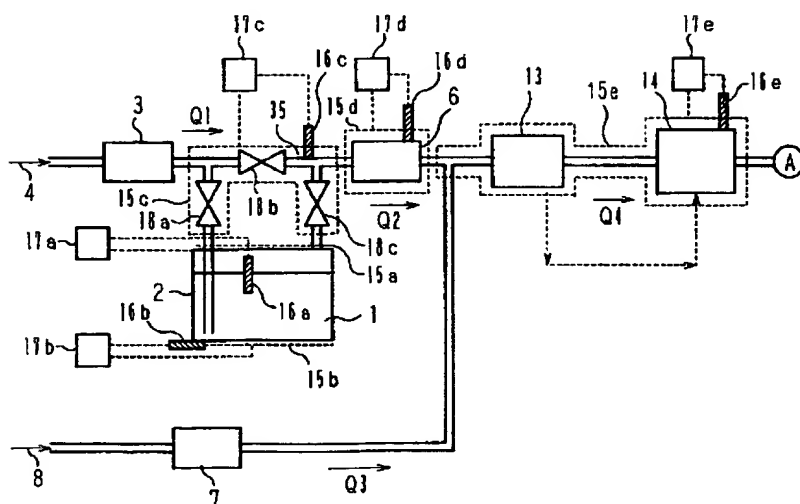
【図10】



【図11】



【図9】



【図12】

バルブ開閉状態			シーケンス						
			①	②	③	④	⑤	⑥	⑦
			待機	気化安定待ち	成膜	次リハ待ち	成膜	次リハ待ち	待機
バルブ	バルブ1a	開							
	バルブ1b	開							
	バルブ1c	開							
排気	バルブ1d	開							
反応室	バルブ1e	開							
バース	バルブ1f	開							

